

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: INOUE, Tetsutaro Conf.:  
Appl. No.: NEW Group:  
Filed: August 22, 2003 Examiner:  
For: MAGNETIC RECORDING MEDIUM

L E T T E R

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

August 22, 2003

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2002-242641	August 22, 2002

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By   
John W. Bailey, #32,881

JWB/smt  
0020-5168P

P.O. Box 747  
Falls Church, VA 22040-0747  
(703) 205-8000

Attachment(s)

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

INOUE et al  
August 22, 2003  
BSK.B. LLP  
703-205-8000  
0020-5168  
10f1

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日  
Date of Application:

2002年 8月22日

出 願 番 号  
Application Number:

特願2002-242641

[ ST.10/C ]:

[ JP2002-242641 ]

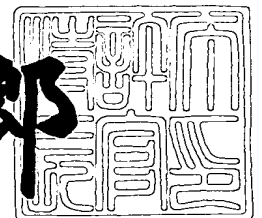
出 願 人  
Applicant(s):

日立マクセル株式会社

2003年 7月 1日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3051791

【書類名】 特許願

【整理番号】 P296000822

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/00

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社  
社内

    【氏名】 井上 鉄太郎

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社  
社内

    【氏名】 吉村 賢

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社  
社内

    【氏名】 来住 千佳子

【特許出願人】

    【識別番号】 000005810

    【氏名又は名称】 日立マクセル株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100077920

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 折寄 武士

    【電話番号】 06-6312-4738

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 058469

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

【物件名】	要約書	1
【ブルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 可撓性支持体上に、非磁性粉末を結合剤に分散させた下層非磁性層と、強磁性粉末を結合剤に分散させた上層磁性層とを有する磁気記録媒体であって、

上層磁性層の S F D 値が 0.5 以下であり、

上層磁性層に用いる強磁性粉末の平均長軸長が 8 0 n m 以下であり、

温度 6 0 ℃ で湿度 9 0 % R H の環境下で 9 0 日間保存した後の上層磁性層の S F D 値が、初期の S F D 値の 1.2 倍以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 上層磁性層の厚みが 1 2 0 n m 以下である、請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 上層磁性層に記録された磁気記録信号が、磁気抵抗効果型素子を利用した再生ヘッドによって再生される、請求項 1 または 2 記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、可撓性支持体上に非磁性層塗膜および磁性層塗膜を形成することにより得られる塗布型の磁気記録媒体に関し、特に高密度記録に適した磁気記録媒体に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

磁気記録媒体の一つである磁気テープは、オーディオテープ、ビデオテープ、コンピュータのデータバックアップ用テープなど種々の用途があるが、なかでもデータバックアップ用テープの分野ではバックアップ対象となるハードディスクの大容量化に伴い、1 巻当たり数百ギガバイト以上の記憶容量のものが商品化されており、今後もハードディスクのさらなる大容量化に対応するため、バックアップ用テープにおいてもその高容量化が不可欠となっている。

## 【 0 0 0 3 】

そこで、磁気記録媒体の高容量化を図るべく、記録波長をより短くすることが行われており、このような短波長記録に対応するために、使用される磁性粉の粒子径も小さくなってきている。また、記録波長が短くなるにしたがって 1 b i t の分解能が低下するため、その対策として磁性層の厚みを薄くすると同時に、S F D ( s w i c h i n g   f i e l d   d i s t r i b u t i o n ) 値の小さい磁性粉を使用するようになってきている。

## 【 0 0 0 4 】

ここで、S F D とは、保磁力 ( H c ) の分布であり、以下のように定義される。磁性層の配向方向の磁化曲線 ( 磁化 - 磁場曲線 ) を測定すると、いわゆるヒステリシスループが得られる。このヒステリシスループを磁場で微分した曲線 ( d M / d H 曲線 ) には、H c 付近にピークが現れる。このピークの半値幅を  $\Delta H c$  としたとき、 $S F D = \Delta H c / H c$  と定義される。S F D が小さいとき磁化遷移領域の幅が小さくなって、磁化反転がシャープになり、再生波形が鋭くかつ再生出力が大きくなる。これは孤立再生波の半値幅 P W 5 0 が小さくなることに現れてくる。また磁化遷移領域幅が小さくなることで、広帯域のノイズが減少し、上記の再生出力の増加とあわせて、記録再生上最も重要な C / N 比が良好になる。

## 【 0 0 0 5 】

一方、粒子は、微細になればなるほど表面積が増加し、粒子表面の活性点 ( 反応性の高い活性サイト ) が多くなる。そのため、磁性層に用いられる磁性粉の粒子サイズが小さくなると、磁性層の耐食性は逆に低下し、その残留磁束密度 ( いわゆる M r t 値で代表される ) が減少する。すなわち、磁性粉が微細になればなるほど、そのような磁性粉を用いた磁気記録媒体では、保存しているうちに磁性層の残留磁束密度 ( 言い換えると残留磁化 ) が減少し、長期間の保存安定性を保つことが困難になってくる。なお、M r t 値とは、磁性層の残留磁化の大きさ ( M r ) と磁性層厚さ ( t ) との積の値をいう。M r t 値に代えて、残留磁束密度 ( B r ) と磁性層厚さ ( この場合は一般に  $\delta$  の記号が使用される ) との積の値である B r  $\delta$  値が用いられることもある。

## 【 0 0 0 6 】

微粒子を利用した磁気記録媒体には、例えば特開 2 0 0 0 - 1 4 9 2 4 2 号公報、特開 2 0 0 0 - 1 4 9 2 4 4 号公報に記載されたものがあり、S F D を考慮した磁気記録媒体には、例えば特開平 1 1 - 2 8 3 2 3 6 号公報、特開平 1 1 - 1 8 5 2 4 0 号公報に記載されたものがある。しかしながら、これらの従来技術は、耐食性に関して何ら対策を講じておらず、長期保存安定性という点では不利である。

## 【 0 0 0 7 】

一方、耐食性改良をはかった磁気記録媒体には、例えば特開平 5 - 8 1 6 4 8 号公報、特開平 5 - 8 1 6 4 9 号公報に記載されたものがある。しかし、これらの従来技術では、粒子サイズの小さな微粒子粉を磁性粉に使用した場合の対策が十分に採られているとは言えない。また、これらは残留磁束密度に対しての技術解決をはかっているが、S F D に対しては対策を講じていない。長期保存安定性を確保し、高記録密度を実現するためには 1 b i t の分解能が安定的に保たれている必要があり、S F D が劣化しないような技術を取り入れる必要がある。耐食性が悪い場合、保存中に S F D が劣化することにより P W 5 0 が広がってしまい、これによって 1 b i t の分解能が劣化してしまうからである。なお、ここで述べている P W 5 0 とは、孤立波の半値幅を意味する。

## 【 0 0 0 8 】

S F D と M r t の劣化は一般には連動しない。高密度記録では S F D の劣化の方が急激である場合に、これまでとは違った問題を引き起こし、最も重要な特性であるエラーレイトを確保することが困難になってくる。

## 【 0 0 0 9 】

## 【発明が解決しようとする課題】

通常、磁性層の耐食性を向上させることは、材料となる磁性粉の耐食性を改善することによって実現される。磁性粉の耐食性は飽和磁化  $\sigma_s$  の劣化率  $\Delta \sigma_s$  で表され、この場合の  $\Delta \sigma_s$  は、温度 6 0 ° C で湿度 9 0 % R H の環境下で 9 0 日間保存したときに初期の  $\sigma_s$  のうち何%が失われたかを示している。しかし、飽和磁化  $\sigma_s$  の劣化率  $\Delta \sigma_s$  を改良すると、磁性粉の初期の S F D 値が劣化し、高密度記録には不利になってしまう。現在の技術水準では、この低  $\Delta \sigma_s$  と低 S F D

を両立する磁性粉を製造することは困難である。

【0010】

本発明は、主として、磁気記録媒体における上記のような問題に対処するもので、その目的は、高容量化に対応した高記録密度特性を有しながら、耐食性にも優れる磁気記録媒体を提供することにある。言い換えれば、本発明は、高容量化および高記録密度化に適した磁気記録媒体として、長期保存後においても良好な電磁変換特性を十分に維持しうる保存安定性に優れた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記の目的を達成するため鋭意検討した結果、上層磁性層に用いる磁性粉の平均長軸長と上層磁性層のSFD値とが、高記録密度特性および耐食性の両立を図る際のパラメータとなりうる点に着目し、これらがそれぞれ特定の条件を同時に満たしたときに、高記録密度特性と耐食性の両特性がいずれも向上することを見出した。

【0012】

本発明は、このような知見に基づいてなされたもので、可撓性支持体上に、非磁性粉末を結合剤に分散させた下層非磁性層と、強磁性粉末を結合剤に分散させた上層磁性層とを有する磁気記録媒体において、以下のように構成したものである。

【0013】

すなわち、前記上層磁性層のSFD値が0.5以下であり、前記上層磁性層に用いる磁性粉の平均長軸長が80nm以下であり、温度60℃で湿度90%RH（つまり相対湿度90%）の環境下で90日間保存した後の上層磁性層のSFD値が、初期のSFD値（保存前のSFD値、すなわち、0.5以下とした前記上層磁性層のSFD値）の1.2倍以下である構成とする（請求項1）。その場合、短波長記録およびその再生時の反磁場による減磁を小さくする（換言すれば、厚み損失によるヘッド出力の低下を避ける）等のために、磁性層厚みは120nm以下とするのが好ましい（請求項2）。また、記録トラック幅の狭幅化等による高記



録密度化を考慮すると、媒体からの漏れ磁束量が比較的少なくても出力が読み取れるように、磁気抵抗効果型素子を利用した再生ヘッド（MRヘッド）によって磁気記録信号が再生される磁気記録媒体とするのが好ましい（請求項3）。

## 【0014】

なお、上記のようなSFD値を示す上層磁性層は、これに用いる磁性粉を調整する際に表面処理剤を効率的に添加し、得られた磁性粉を用いて上層磁性層用の塗料を調整し、これを下層非磁性層上に塗布することにより形成することができる。あるいは、上層磁性層用の塗料を調整する際に、表面処理剤を効率的に添加し、得られた上層磁性層用の塗料を下層非磁性層上に塗布することにより上記のような上層磁性層を形成することができる。もしくは初期のSFD値が0.5以下であり、かつ劣化率 $\Delta\sigma_s$ が3%以下と良好な磁性粉を用いることでも、上記の上層磁性層を形成することができるが、現状の技術ではこのような特性を両立する磁性粉を製造することは技術的に困難である。したがって、前者のようにSFDが良好な磁性粉を表面処理することによって、上層磁性層としてSFDと $\Delta\sigma_s$ の両立をはかることが必要である。具体的には、分散工程を進めると磁性粉の活性点は増加していくので、この活性点を被覆することが必要である。したがって、表面処理剤を分散工程とレットダウン工程の間に添加することが、上記の特性を両立する上層磁性層を形成するのに最も有効である。

## 【0015】

## 【発明の実施の形態】

本発明は、主としてデジタル記録用の磁気記録媒体（特に塗布型の磁気テープ）に適用される。本発明の磁気記録媒体においては、可撓性支持体の少なくとも一方の面に下層非磁性層が設けられており、その上に上層磁性層が設けられている。特に高い走行信頼性を必要とする場合には、可撓性支持体の他方の面、つまり下層非磁性層と上層磁性層とを含んでなる表層塗布層の形成されている面とは反対側の面に、バックコート層を設けることができる。以下、本発明の磁気記録媒体についてさらに具体的に説明する。

## 【0016】

## 〈可撓性支持体〉

本発明においては、テープ状の可撓性支持体を使用する。可撓性支持体としては、通常、非磁性の支持体、すなわち非磁性支持体を使用するが、磁性粉を含有させた支持体を排除するものではない。使用する可撓性支持体は、その長手方向のヤング率が $5.9 \text{ GPa}$  ( $600 \text{ kg/mm}^2$ ) 以上で、且つ幅方向のヤング率が $3.9 \text{ GPa}$  ( $400 \text{ kg/mm}^2$ ) 以上であることが好ましく、さらに長手方向のヤング率が $9.9 \text{ GPa}$  ( $1000 \text{ kg/mm}^2$ ) 以上、且つ幅方向のヤング率が $7.9 \text{ GPa}$  ( $800 \text{ kg/mm}^2$ ) 以上がより好ましい。可撓性支持体の長手方向のヤング率が $5.9 \text{ GPa}$  ( $600 \text{ kg/mm}^2$ ) 以上がよいのは、長手方向のヤング率が $5.9 \text{ GPa}$  ( $600 \text{ kg/mm}^2$ ) 未満では、テープ走行が不安定になるためである。可撓性支持体の幅方向のヤング率が $3.9 \text{ GPa}$  ( $400 \text{ kg/mm}^2$ ) 以上がよいのは、幅方向のヤング率が $3.9 \text{ GPa}$  ( $400 \text{ kg/mm}^2$ ) 未満では、テープのエッジダメージが発生しやすくなるためである。

## 【0017】

このような特性を満足する可撓性支持体には、ポリエチレンテレフタレートフィルム、ポリエチレンナフタレートフィルム、二軸延伸の芳香族ポリアミドベースフィルム、芳香族ポリイミドフィルム等がある。なお、可撓性支持体の厚さは、用途によって異なるが、通常 $2 \sim 7 \mu\text{m}$ のものが使用される。より好ましくは $2.5 \sim 5.5 \mu\text{m}$ である。この範囲の厚さの可撓性支持体を使用されるのは、 $2 \mu\text{m}$ 未満では製膜が難しく、またテープ強度が小さくなり、 $7 \mu\text{m}$ を越えるとテープ全厚が厚くなり、テープ1巻当りの記憶容量が小さくなるためである。また、可撓性支持体の磁性層形成面の表面中心線平均粗さ ( $R_a$ ) は $2.5 \text{ nm}$ 以上 $20 \text{ nm}$ 以下が好ましい。 $20 \text{ nm}$ 以下が好ましいのは、 $20 \text{ nm}$ 以下であれば、下層非磁性層を薄くしても下層非磁性層表面及び磁性層表面の凹凸が小さくなるためである。また $2.5 \text{ nm}$ 以上が好ましいのは、 $2.5 \text{ nm}$ 以下になると塗布機での走行性が悪化し、塗布時にシワなどが入って生産性を悪化させるためである。

## 【0018】

## 〈下層非磁性層〉

下層非磁性層には、通常は強度を高める目的で非磁性の無機質粉末を添加する。この無機質粉末としては、金属酸化物、アルカリ土類金属塩等であることが好

ましい。具体的には例えば酸化鉄が好ましく、その粒径は50～400nmがより好ましく、添加量は、全無機質粉体の重量を基準にして35～83重量%が好ましい。前記範囲の粒径が好ましいのは、粒径50nm未満では均一分散が難しく、400nmを越えると下層非磁性層とその直上の層との界面の凹凸が増加するためである。また、前記範囲の添加量が好ましいのは、35重量%未満では塗膜強度向上効果が小さく、83重量%を越えると反って塗膜強度が低下するためである。

#### 【0019】

下層非磁性層にはアルミナを添加することが好ましい。アルミナの添加量は、全非磁性粉体の重量を基準にして2～30重量%がより好ましく、8～20重量%がさらに好ましく、11～20重量%が一層好ましい。添加するアルミナの粒径は、100nm以下が好ましく、10～100nmのアルミナ添加がより好ましく、30～90nmがさらに好ましく、50～90nmが一層好ましい。また、下層非磁性層に添加するアルミナはコランダム相を主体とするアルミナが特に好ましい。上記範囲のアルミナ添加量が好ましいのは、2重量%未満では塗料流動性が不十分となり、30重量%を越えると下層非磁性層とその直上の層との界面の凹凸が大きくなるためである。また、100nm以下のアルミナが良いのは、磁性層形成面の表面粗さが15nm以上の平滑度が低い可撓性支持体を使用し、下層非磁性層が1.5μm以下と薄い場合に、アルミナの粒径が100nmを越えると、下層非磁性層表面の平滑効果が不十分になるためである。コランダム相を主体とするアルミナ（α化率：30%以上）が特に良いのは、σ-アルミナやθ-アルミナやγ-アルミナ等を使用した場合に比べて少量で下層非磁性層のヤング率が高くなり、テープ強度が増すためである。また、テープ強度も高くなることで、テープエッジの波打ち（エッジウイーブ）による出力のばらつきも改善される。

#### 【0020】

なお、上記粒径のアルミナと共に、全無機質粉体の重量を基準にして3重量%未満の割合で、100～800nmのαアルミナを添加することを排除するものではない。

## 【 0 0 2 1 】

下層非磁性層には、通常は導電性向上を目的にカーボンブラック（CB）を添加する。添加するカーボンブラックとしては、アセチレンブラック、ファーンズブラック、サーマルブラック等を使用できる。粒径が5 nm～200 nmのものを使用できるが、粒径10～100 nmのものを使用するのが好ましい。この範囲が好ましいのは、カーボンブラックがストラクチャーを持っているため、粒径が10 nm以下になるとカーボンブラックの分散が難しく、100 nm以上では平滑性が悪くなるためである。カーボンブラックの添加量は、カーボンブラックの粒子径によって異なるが、下層非磁性層中の全非磁性粉末に対して15～40重量%が好ましい。この範囲が好ましいのは、15重量%未満では導電性向上効果が乏しく、40重量%を越えると効果が飽和するためである。粒径15 nm～80 nmのカーボンブラックを15～35重量%使用するのがより好ましく、粒径20 nm～50 nmのカーボンブラックを20～30重量%用いるのがさらに好ましい。このような粒径・量のカーボンブラックを添加することにより電気抵抗が低減され、静電ノイズの発生やテープ走行むらが小さくなる。

## 【 0 0 2 2 】

下層非磁性層の厚みは、通常0.5～3  $\mu\text{m}$ であり、より好ましくは1～2  $\mu\text{m}$ である。これは、0.5  $\mu\text{m}$ 未満では塗布が難しく、生産性が悪いためであり、3  $\mu\text{m}$ を越えるとテープ全厚が厚くなり、テープ1巻当りの記憶容量が小さくなるためである。また、可撓性支持体と下層非磁性層との間に、密着性向上のために公知の下塗層を設けてもかまわない。その場合の下塗層の厚みは0.01～2  $\mu\text{m}$ 、好ましくは0.05～0.5  $\mu\text{m}$ である。

## 【 0 0 2 3 】

## ＜上層磁性層＞

上層磁性層に添加する磁性粉には、強磁性鉄系金属粉が使用される。保磁力は、135 kA/m～280 kA/m（1700～3500 Oe）が好ましく、飽和磁化量は、100～200 A $\cdot$ m<sup>2</sup>/kg（100～200 emu/g）が好ましく、120～180 A $\cdot$ m<sup>2</sup>/kg（120～180 emu/g）がより好ましい。磁性粉の飽和磁束の劣化率 $\Delta\sigma_s$ は16%以下が好ましく、10%以下がよ

り好ましく、7%以下が最も好ましい。なお、この強磁性鉄系金属粉の磁気特性と、以下に述べる磁性層の磁気特性は、いずれも試料振動形磁束計で外部磁場1.28 MA/m (16 kOe)での測定値をいうものである。

## 【0024】

使用する強磁性鉄系金属粉の平均長軸長は80 nm以下とし、好ましくは60 nm以下である。平均長軸長が80 nmより大きいと粒子の大きさに基づく粒子ノイズが大きくなり、C/N特性を向上させることが困難になるからである。また、強磁性鉄系金属粉の平均長軸長は、20 nm以上が好ましい。平均長軸長が20 nm未満となると保磁力が低下し、同時に磁性粉の凝集力が増大して塗料中への分散が困難になるためである。なお、上記の平均長軸長は、透過型電子顕微鏡(TEM)にて撮影した写真から粒子サイズを実測し、200個あたりの平均値により求めたものである。また、この強磁性鉄系金属粉のBET比表面積は、 $35 \sim 85 \text{ m}^2/\text{g}$ が好ましく、 $40 \sim 80 \text{ m}^2/\text{g}$ がより好ましく、 $50 \sim 70 \text{ m}^2/\text{g}$ が最も好ましい。

## 【0025】

上層磁性層の厚みは1 nm以上120 nm以下が好ましく、10 nm以上90 nm以下がより好ましい。上層磁性層が1 nm未満では、これからの漏れ磁界が小さいためにヘッド出力が小さくなり、120 nmを越えると、厚み損失によりヘッド出力が小さくなるためである。

## 【0026】

上層磁性層の磁気記録媒体としての保磁力は、ヘッド走行方向で135 kA/m $\sim$ 280 kA/m (1700 $\sim$ 3500 Oe)、残留磁束密度はテープ長手方向で0.3 T (3000 G)以上が好ましい。これは、保磁力が135 kA/m未満では、反磁界によって出力が減少し、280 kA/mを越えるとヘッドによる書き込みが困難になるためであり、残留磁束密度が0.3 T未満では出力が低下するためである。保磁力が160 kA/m $\sim$ 240 kA/m (2000 $\sim$ 3000 Oe)、残留磁束密度が0.35 T $\sim$ 0.5 T (3500 $\sim$ 5000 G)のものはより好ましい。

## 【0027】

上層磁性層の磁気記録媒体としての S F D 値は 0.5 以下でなければならない。これは、S F D 値が 0.5 を超えると P W 5 0 が大きくなり、短波長記録において 1 b i t の分解能が極端に悪くなり、エラーレートが急激に上昇するからである。S F D 値は、好ましくは 0.1 から 0.4 の範囲、より好ましくは 0.1 から 0.3 5 の範囲である。0.1 から 0.4 の範囲が好ましいのは、S F D 値を 0.1 未満にしようとする、磁性粉を改良する必要があるが、この種の改良は技術的に非常に困難であり、改良できたとしてもコストの上昇を招くからである。また 0.4 以下が好ましいのは、0.4 を超えた場合、腐食が起こって S F D が劣化した場合のマージンが小さくなってしまうからである。

## 【 0 0 2 8 】

上層磁性層の耐食性を S F D で代表すると、温度 6 0 ° C、湿度 9 0 % R H の環境化で 9 0 日間保存後の S F D 値が、初期の S F D 値の 1.2 倍以下である必要がある。好ましくは前記保存後の S F D 値が初期の 1.0 倍から 1.1 5 倍の範囲にあることである。保存後の S F D 値が初期の 1.2 倍以下であることを要するのは、1.2 倍を超えると、初期の磁性層の磁気特性で書き込んだ記録信号に対して、保存後の再生信号の 1 b i t の分解能が変化し、読み出しが困難となり、エラーレートが急激に上昇してしまうからである。また保存時の残留磁束密度の劣化割合としては、温度 6 0 ° C、湿度 9 0 % R H の環境下で 9 0 日間保存後の M r t が初期の M r t の 0.9 倍以上であることが好ましい。0.9 倍以上が好ましいのは、0.9 倍を下回ると、初期の磁性層の磁気特性で書き込んだ記録信号に対して、保存後の磁束密度が減少し、再生するために感度を上げなければならなくなるからである。

## 【 0 0 2 9 】

M R ヘッドを再生ヘッドとして用いるシステムに本発明の磁気記録媒体を供する場合、上層磁性層の長手方向の残留磁化（残留磁束密度）と磁性層膜厚との積である M r t 値が  $72 \text{ n T m}$  ( $6.0 \text{ m e m u} / \text{cm}^2$ ) 以下であり、角形比が 0.8 5 以上であることが好ましい。M r t 値が  $72 \text{ n T m}$  以下が好ましいのは、 $72 \text{ n T m}$  以上ではほとんどの M R ヘッドを飽和させてしまう（つまり、検出される出力が大きくなりすぎて飽和状態となってしまう）からである。角形比が 0.8 5

以上であることが好ましいのは、角形比が0.85を下回ると熱擾乱による記録減磁が起こるからである。M r t 値は2~24 n T m ( $0.2 \sim 2.0 \text{ m e m u} / \text{cm}^2$ ) の範囲がより好ましく、角形比は0.90~0.97の範囲がより好ましい。

#### 【0030】

上層磁性層には従来公知の研磨材を添加することができる。これらの研磨材としては、数平均粒子径が5~150 nm、粒度分布が標準偏差で10 nm以下であり、主としてモース硬度6以上の $\alpha$ -アルミナ、 $\beta$ -アルミナを単独でまたは組み合わせて使用することができる。中でもコランダム型のアルミナ( $\alpha$ 化率: 30%以上)が特に好ましい。コランダム型のアルミナは、 $\sigma$ -アルミナや $\theta$ -アルミナや $\gamma$ -アルミナ等を使用した場合に比べては高硬度で、少量の添加量でヘッドクリーニング効果に優れるからである。アルミナ研磨材の粒径としては、磁性層厚さにもよるが、通常、平均粒径で20~100 nmが好ましく、30~90 nmがさらに好ましい。添加量は強磁性鉄系金属粉100重量部に対して5~20重量部が好ましい。より好ましくは8~18重量部である。

#### 【0031】

さらに、上層磁性層には導電性向上と表面潤滑性向上を目的に従来公知のカーボンブラック(CB)を添加することができる。これらのカーボンブラックとしては、アセチレンブラック、ファーネスブラック、サーマルブラック等を使用できる。粒径が5 nm~200 nmのものを使用できるが、粒径10 nm~100 nmのものが好ましい。粒径が10 nmを下回るとカーボンブラックの分散が難しくなり、粒径が100 nmを超えると多量のカーボンブラックを添加することが必要になり、何れの場合も表面が粗くなって出力低下の原因になるためである。添加量は強磁性鉄系金属粉100重量部に対して0.2~5重量部が好ましい。より好ましくは0.5~4重量部である。

#### 【0032】

##### <潤滑剤>

下層非磁性層と上層磁性層に、役割の異なる潤滑剤を使用することができる。下層非磁性層に、これに含まれる全無機質粉体に対して0.5~4.0重量%の高級脂肪酸を含有させ、0.2~3.0重量%の高級脂肪酸のエステルを含有させると、

テープと回転シリンダまたはヘッドアイランドとの摩擦係数が小さくなるので好ましい。高級脂肪酸の添加量が0.5重量%未満では、摩擦係数低減効果が小さく、4.0重量%を越えると下層非磁性層が可塑化してしまい強靱性が失われる。また、高級脂肪酸のエステルの添加量が0.5重量%未満では、摩擦係数低減効果が小さく、3.0重量%を越えると上層磁性層への移入量が多すぎるため、テープと回転シリンダまたはヘッドアイランドが貼り付く等の副作用を生じるおそれがある。

#### 【0033】

上層磁性層に、これに含まれる強磁性鉄系金属粉に対して0.5～3.0重量%の脂肪酸アミドを含有させ、0.2～3.0重量%の高級脂肪酸のエステルを含有させると、テープと回転シリンダとの摩擦係数が小さくなるので好ましい。脂肪酸アミドが0.2重量%未満ではヘッド／磁性層界面での直接接触が起りやすく焼付き防止効果が小さく、3.0重量%を越えるとブリードアウトしてしまいドロップアウトなどの欠陥が発生する。脂肪酸アミドとしては、例えばパルミチン酸、ステアリン酸等のアミドが使用可能である。また、上記範囲の高級脂肪酸のエステル添加が好ましいのは、0.2重量%未満では摩擦係数低減効果が小さく、3.0重量%を越えるとテープと回転シリンダが貼り付く等の副作用があるためである。なお、上層磁性層の潤滑剤と下層非磁性層の潤滑剤の相互移動を排除するものではない。

#### 【0034】

##### 〈結合剤等〉

上層磁性層や下層非磁性層に使用する結合剤としては、例えば、塩化ビニル樹脂、塩化ビニルー酢酸ビニル共重合体、塩化ビニルービニルアルコール共重合体、塩化ビニルー酢酸ビニルービニルアルコール共重合体、塩化ビニルー酢酸ビニルー無水マレイン酸共重合体、塩化ビニルー水酸基含有アルキルアクリレート共重合体、ニトロセルロースなどの中から選ばれる少なくとも1種と、ポリウレタン樹脂との組み合わせをあげることができる。中でも、塩化ビニルー水酸基含有アルキルアクリレート共重合体とポリウレタン樹脂を併用するのが好ましい。ポリウレタン樹脂には、ポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタン、



ポリエーテルポリエステルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレタン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタンなどがある。これらの結合剤は、上層磁性層では強磁性鉄系金属粉 1 0 0 重量部に対して、また下層非磁性層では全非磁性粉末 1 0 0 重量部に対して、それぞれ、7 ~ 5 0 重量部、好ましくは 1 0 ~ 3 5 重量部の範囲で用いることができる。特に、結合剤として、塩化ビニル系樹脂 5 ~ 3 0 重量部と、ポリウレタン樹脂 2 ~ 2 0 重量部とを、複合して用いるのが最も好ましい。

## 【 0 0 3 5 】

官能基として、 $-COOH$ 、 $-SO_3 M$ 、 $-OSO_3 M$ 、 $-P=O(OM)_3$ 、 $-O-P=O(OM)_2$  [これらの式中、Mは水素原子、アルカリ金属塩基又はアミン塩を示す]、 $-OH$ 、 $-NR_1 R_2$ 、 $-N^+ R_3 R_4 R_5$  [これらの式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$  は水素または炭化水素基を示す]、エポキシ基を有する、高分子からなる結合剤が使用される。このような結合剤を使用するのは、上述のように磁性粉等の分散性が向上するためである。2 種以上の樹脂を併用する場合には、官能基の極性を一致させるのが好ましく、中でも  $-SO_3 M$  基同士の組み合わせが好ましい。

## 【 0 0 3 6 】

これらの結合剤とともに、結合剤中に含まれる官能基などと結合させて架橋する熱硬化性の架橋剤を併用するのが望ましい。この架橋剤としては、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートなどや、これらのイソシアネート類とトリメチロールプロパンなどの水酸基を複数個有するものとの反応生成物、上記イソシアネート類の縮合生成物などの各種のポリイソシアネートが好ましい。これらの架橋剤は、結合剤 1 0 0 重量部に対して、通常 1 0 ~ 5 0 重量部の割合で用いられる。より好ましくは 1 5 ~ 3 5 重量部である。

## 【 0 0 3 7 】

上層磁性層には、磁性粉の表面処理をし、耐食性を向上させる防食剤を含有させることが望ましい。この種の防食剤としては、ホウ酸塩、リン酸エステル、シランカップリング剤などが好ましい。これらの防食剤は、上層磁性層中の磁性粉

1 0 0 重量部に対して、通常 1 ～ 6 重量部の割合で用いられる。より好ましくは 1.5 ～ 5 重量部である。

#### 【 0 0 3 8 】

下層非磁性層および上層磁性層は、可撓性支持体上に下層非磁性層用の塗料および上層磁性層用の塗料を塗布することより形成される。下層非磁性層用の塗料および上層磁性層用の塗料に用いる有機溶媒としては、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、イソホロン、テトラヒドロフラン等のケトン類、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、イソブチルアルコール、イソプロピルアルコール、メチルシクロヘキサノールなどのアルコール類、酢酸メチル、酢酸ブチル、酢酸イソブチル、酢酸イソプロピル、乳酸エチル、酢酸グリコール等のエステル類、グリコールジメチルエーテル、グリコールモノエチルエーテル、ジオキサンなどのグリコールエーテル系、ベンゼン、トルエン、キシレン、クレゾール、クロルベンゼン等の芳香族炭化水素類、メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロルヒドリン、ジクロルベンゼン等の塩素化炭化水素類、N，N－ジメチルホルムアミド、ヘキサン等を挙げることができる。これらの有機溶媒は、単独でもしくは任意の比率で混合して使用できる。

#### 【 0 0 3 9 】

##### <バックコート層>

可撓性支持体の他方の面（下層非磁性層および上層磁性層が形成されている面とは反対側の面）には、走行性向上や帯電防止等を目的としてバックコート層を設けることができる。バックコート層の厚さは、2 0 0 ～ 8 0 0 n m が好ましい。バックコート層の厚さが 2 0 0 n m 未満では、走行性向上効果が不十分となり、8 0 0 n m を越えるとテープ全厚が厚くなって 1 巻当たりの記憶容量が小さくなるためである。バックコート層は、例えばグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、ダイ塗布など、従来公知の塗布方式で形成することができる。

#### 【 0 0 4 0 】

バックコート層に用いられるカーボンブラック（CB）としては、アセチレンブラック、ファーネスブラック、サーマルブラック等を使用できる。通常、小粒

径カーボンブラックと大粒径カーボンブラックを使用する。小粒径カーボンブラックには、粒径が5～200 nmのものを使用できるが、粒径10～100 nmのものがより好ましい。粒径が10 nm以下になるとカーボンブラックの分散が難しく、粒径が100 nm以上では多量のカーボンブラックを添加することが必要になり、何れの場合も表面が粗くなって上層磁性層への裏移り（エンボス）原因になるためである。大粒径カーボンブラックとして、小粒径カーボンブラックの5～15重量%、粒径300～400 nmの大粒径カーボンを使用すると、表面も粗くならず、走行性向上効果も大きくなる。小粒径カーボンブラックと大粒径カーボンブラック合計の添加量は無機粉体重量を基準にして60～98重量%が好ましく、70～95重量%がより好ましい。バックコート層の表面粗さR<sub>a</sub>は3～8 nmが好ましく、4～7 nmがより好ましい。

#### 【0041】

また、バックコート層には、強度向上を目的に酸化鉄を添加するのが好ましい。添加する酸化鉄の粒径は100～600 nmが好ましく、200～500 nmがより好ましい。添加量はバックコート層中の無機粉体重量を基準にして2～40重量%が好ましく、5～30重量%がより好ましい。

#### 【0042】

##### 〈製造方法等〉

下層非磁性層および上層磁性層は、可撓性支持体の一方に面に下層非磁性層用塗料および上層磁性層用塗料を塗布することによって形成できる。具体的には例えば、可撓性支持体上の下層非磁性層が湿潤状態にあるうちに、その上に上層磁性層用塗料を重畳塗布して上層磁性層を形成する、いわゆるウェット・オン・ウェット同時重層塗布方式を用いることによって、下層非磁性の直上に上層磁性層を平均乾燥厚み1～120 nmの任意の厚みで精度良く、しかも生産性良く形成することができる。この塗布工程では、塗布液通液スリットを二つ内蔵する一つのダイ塗布ヘッドにより、可撓性支持体上に下層非磁性層と上層磁性層とをほぼ同時に塗布形成する。その場合、塗布の安定性をあげるために、下層非磁性層に用いる溶媒の表面張力が、上層磁性層に用いる溶媒の表面張力より高いことが好ましい。表面張力の高い溶媒としてはシクロヘキサノン、ジオキサンなどがある

## 【 0 0 4 3 】

表層塗布層（可撓性支持体の一方の面に形成された下層非磁性層および上層磁性層を含む層）を塗布した後に、金属ロール同士でカレンダー処理することで、下層非磁性層と上層磁性層との界面における厚み変動の抑制、上層磁性層厚みのバラツキの抑制といった効果を高めることができる。また、エポキシ、ポリイミド、ポリアミド、ポリイミドアミド等の耐熱性のあるプラスチック製のロールをカレンダーロールとして使用することもできる。カレンダー時の処理温度は、好ましくは70℃以上、さらに好ましくは80℃以上である。またカレンダー時の線圧力は好ましくは $200 \times 9.8 \text{ N/cm}$ （ $200 \text{ kg/cm}$ ）、さらに好ましくは $300 \times 9.8 \text{ N/cm}$ （ $300 \text{ kg/cm}$ ）以上、その速度は20 m/分～700 m/分の範囲である。80℃以上の温度で $300 \times 9.8 \text{ N/cm}$ （ $300 \text{ kg/cm}$ ）以上の線圧とすることにより、先に述べた効果を一層高めることができる。また、本発明の磁気記録媒体のように下層非磁性層を設けることで、同一のカレンダー条件でも上層磁性層の飽和磁束密度を高くし、表層塗布層の表面粗さを小さくすることができる。

## 【 0 0 4 4 】

バックコート層は、表層塗布層の塗布とカレンダー処理の前後又は間のいずれかの工程で塗布する。また表層塗布層とバックコート層の塗布及びカレンダー処理の後、表層塗布層、バックコート層の硬化を促進するために、40℃～80℃のエージング処理を施してもかまわない。

## 【 0 0 4 5 】

表層塗布層のヤング率は、可撓性支持体の長手方向と幅方向の両ヤング率の平均値の40～100%であることが好ましい。表層塗布層のヤング率をこの範囲にするとテープの耐久性が大きく、かつテープ/ヘッド間のタッチがよくなる。前記可撓性支持体の長手方向と幅方向の両ヤング率の平均値に対する表層塗布層のヤング率の比率は、50～100%の範囲がより好ましく、60～90%の範囲がさらに好ましい。この範囲が好ましいのは50%未満では塗布膜の耐久性が小さくなり、100%を越えるとテープ/ヘッド間のタッチが悪くなるためであ

る。なお、本発明では、下層非磁性層と上層磁性層とを含む塗布層のヤング率を制御する方法の一つとして、カレンダー条件による制御法を用いた。

## 【0046】

さらに、下層非磁性層のヤング率は、上層磁性層のヤング率の80～99%が好ましい。下層非磁性層のヤング率が上層磁性層のそれより低い方がよいのは、下層非磁性層が、カレンダー処理時に一種のクッションの作用をするためである。

## 【0047】

磁気記録媒体における表層塗布層面及びその反対側のバックコート層面のステンレス鋼に対する動摩擦係数は、0.5以下、さらに0.3以下が好ましい。また表層塗布層の表面固有抵抗（JISでいう表面抵抗率）は $10^4 \sim 10^{11}$ オーム/sq（JIS表示では $10^4 \sim 10^{11} \Omega$ ）、バックコート層の表面電気抵抗は $10^3 \sim 10^9$ オーム/sq（JIS表示では $10^3 \sim 10^9 \Omega$ ）が好ましい。前記の要領で作製した磁気記録媒体をテープカートリッジ（カセットともいう）に組み込んだ磁気テープカートリッジ（カセットテープ）は、1巻当たりの記憶容量が大きく、信頼性も高く、コンピュータ等のデータバックアップ用テープとして、特に優れている。

## 【0048】

## 【実施例】

以下、本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、以下の実施例および比較例における「部」は、特に断らない限り「重量部」を意味する。

## 【0049】

実施例1：

## 《上層磁性層用塗料成分》

(1)

・強磁性鉄系金属粉

100部

(Co/Fe：30at%、

Y/(Fe+Co)：8at%、

Al / (Fe + Co) : 5 wt %、

$\sigma_s$  : 125 A · m<sup>2</sup> / kg、

SFD : 0.48、 $\Delta\sigma_s$  : 10 %

Hc : 188 kA / m、pH : 9.5、平均長軸長 : 60 nm)

・ 塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体 10 部  
(含有 -SO<sub>3</sub> Na 基 : 0.7 × 10<sup>-4</sup> 当量 / g)

・ ポリエステルポリウレタン樹脂 4 部  
(含有 -SO<sub>3</sub> Na 基 : 1.0 × 10<sup>-4</sup> 当量 / g)

・ α-アルミナ 15 部  
(α 化率 : 50 %、平均粒径 : 120 nm)

・ カーボンブラック 2 部  
(平均粒径 : 75 nm、DBP 吸油量 : 72 cc / 100 g)

・ メチルアシッドホスフェート 2 部

・ パルミチン酸アミド 1.5 部

・ ステアリン酸 n-ブチル 1.0 部

・ テトラヒドロフラン 65 部

・ メチルエチルケトン 245 部

・ トルエン 85 部

(2)

・ ホウ酸塩 (防食剤) 2 部

・ シクロヘキサノン 140 部

(3)

・ ポリイソシアネート 4 部

・ シクロヘキサノン 30 部

【0050】

《下層非磁性層用塗料成分》

(1)

・ 酸化鉄粉末 (平均粒径 : 0.11 × 0.02 μm) 68 部

・ アルミナ (α 化率 : 50 %、平均粒径 : 70 nm) 8 部

・カーボンブラック（平均粒径：25 nm）	24 部
・ステアリン酸	2 部
・塩化ビニル共重合体 （含有-SO <sub>3</sub> Na基：0.7×10 <sup>-4</sup> 当量/g）	10 部
・ポリエステルポリウレタン樹脂 （Tg：40℃、含有-SO <sub>3</sub> Na基：1×10 <sup>-4</sup> 当量/g）	4.5 部
・シクロヘキサノン	25 部
・メチルエチルケトン	40 部
・トルエン	10 部
(2)	
・ステアリン酸ブチル	1 部
・シクロヘキサノン	70 部
・メチルエチルケトン	50 部
・トルエン	20 部
(3)	
ポリイソシアネート	4.5 部
シクロヘキサノン	10 部
メチルエチルケトン	15 部
トルエン	10 部

【0051】

上記の上層磁性層用塗料成分（1）をニーダで混練したのち、サンドミルでビーズ径0.5mmのジルコニアビーズを用いて滞留時間を45分として分散し、これに上層磁性層用塗料成分（2）を加え攪拌、滞留時間2分として分散し、さらに上層磁性層用塗料成分（3）を加え攪拌、濾過後、磁性層用塗料とした。また、これとは別に、上記の下層非磁性層用塗料成分において（1）をニーダで混練したのち、（2）を加えて攪拌の後サンドミルで滞留時間を60分として分散処理を行い、これに（3）を加え攪拌・濾過した後、下層非磁性層用塗料とした。

【0052】

ついで、これらの上層磁性層用塗料と下層非磁性層用塗料とを、ポリエチレン

テレフタレートフィルム（厚さ  $6\ \mu\text{m}$ 、長手方向のヤング率  $MD=5.9\ \text{GPa}$ 、幅方向のヤング率  $TD=3.9\ \text{GPa}$ 、東レ社製）からなる可撓性支持体上に、磁場配向処理、乾燥・カレンダー後の上層磁性層の厚さが  $100\ \text{nm}$ 、上層磁性層と下層非磁性層とを足し合わせた表層塗布層の厚さが  $1.1\ \mu\text{m}$  となるように同時重層塗布し、磁場配向処理後、乾燥し、カレンダー処理することにより、一方の面に下層磁性層および上層磁性層を積層してなる磁気シートを得た。なお、磁場配向処理は、ドライヤ前に  $N-N$  対抗磁石 ( $0.5\ \text{T}$ ) を設置し、ドライヤ内で塗膜の指蝕乾燥位置の手前側  $75\ \text{cm}$  から  $N-N$  対抗磁石 ( $0.5\ \text{T}$ ) を  $2$  基  $50\ \text{cm}$  間隔で設置して行った。塗布速度は  $100\ \text{m/分}$  とした。

## 【 0 0 5 3 】

## 《バックコート層用塗料成分》

・カーボンブラック（平均粒径： $25\ \text{nm}$ ）	80部
・カーボンブラック（平均粒径： $370\ \text{nm}$ ）	10部
・酸化鉄（平均粒径： $400\ \text{nm}$ ）	10部
・ニトロセルロース	45部
・ポリウレタン樹脂（ $-SO_3Na$ 基含有）	30部
・シクロヘキサノン	260部
・トルエン	260部
・メチルエチルケトン	525部

## 【 0 0 5 4 】

上記バックコート層用塗料成分をサンドミルで滞留時間  $45$  分として分散した後、ポリイソシアネート  $15$  部を加えてバックコート層用塗料を調整し濾過後、上記で作製した磁気シートの他方の面（下層非磁性層および上層磁性層が形成されている面とは反対側の面）に、乾燥、カレンダー後の厚みが  $0.5\ \mu\text{m}$  となるように塗布し、乾燥した。このようにして得られた磁気シートを金属ロールからなる  $7$  段カレンダーで、温度  $100^\circ\text{C}$ 、線圧  $150 \times 9.8\ \text{N/cm}$  ( $150\ \text{kg/cm}$ ) の条件でカレンダー処理し、磁気シートをコアに巻いた状態で  $70^\circ\text{C}$  で  $72$  時間エージングしたのち、 $1/2$  インチ幅に裁断し、これを  $200\ \text{m/分}$  で走行させながら上層磁性層の表面をラッピングテープ研磨、ブレード研磨そして表面拭き



取りの後処理を行い、磁気テープを作製した。この時、ラッピングテープにはK 1 0 0 0 0、ブレードには超硬刃、表面拭き取りには東レ社製トレシー（商品名）を用い、走行テンション0.3 N（3 0 g f）で処理を行った。上記のようにして得られた磁気テープを単リール型のカートリッジに組み込み、コンピュータ用の磁気テープカートリッジ（以下、単にコンピュータ用テープともいう）を作製した。

【 0 0 5 5 】

実施例 2：

実施例 1 における上層磁性層用塗料成分（2）では防食剤としてホウ酸塩 2 部を使用した。この実施例 2 では前記ホウ酸塩 2 部をシランカップリング剤 2 部に変更した。それ以外は実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 5 6 】

実施例 3：

前記ホウ酸塩 2 部をリン酸エステル 2 部に変更した点を除き、実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 5 7 】

実施例 4：

実施例 1 で使用した強磁性鉄系金属粉に代えて、 $\Delta \sigma_s$  が 4 %、S F D 値が 0. 4 0 である磁性粉を使用した。それ以外は実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 5 8 】

実施例 5：

上層磁性層の乾燥厚みを 1 5 0 n m に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 5 9 】

実施例 6：

実施例 1 で使用した強磁性鉄系金属粉に代えて、平均長軸長が 7 5 n m で S F D 値が 0. 3 9 である磁性粉を使用した。それ以外は実施例 1 と同様にしてコンピ

ュータ用テープを作製した。

【 0 0 6 0 】

比較例 1 :

上層磁性層用塗料成分 ( 2 ) を上層磁性層用塗料成分 ( 1 ) とともに塗料化初期から加えて、トータルの滞留時間を 4 5 分に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 6 1 】

比較例 2 :

実施例 1 で使用した強磁性鉄系金属粉に代えて、 $\Delta \sigma_s$  が 4 %、S F D が 0. 4 0 である磁性粉を使用したこと、および上層磁性層用塗料成分 ( 2 ) を上層磁性層用塗料成分 ( 1 ) とともに塗料化初期から加えて、トータルの滞留時間を 4 5 分に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 6 2 】

比較例 3 :

実施例 1 で使用した強磁性鉄系金属粉に代えて、平均長軸長が 1 0 0 n m である磁性粉を使用したこと以外は、実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 6 3 】

比較例 4 :

実施例 1 で使用した強磁性鉄系金属粉に代えて、平均長軸長が 1 0 0 n m である磁性粉を使用したこと、および上層磁性層用塗料成分 ( 2 ) を上層磁性層用塗料成分 ( 1 ) とともに塗料化初期から加えて、トータルの滞留時間を 4 5 分に変更したこと以外は、実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

【 0 0 6 4 】

比較例 5 :

実施例 1 で使用した強磁性鉄系金属粉に代えて、S F D 値が 0. 6 0 である磁性粉を使用した。それ以外は実施例 1 と同様にしてコンピュータ用テープを作製した。

## 【 0 0 6 5 】

## 〔評価〕

上記の各実施例および比較例で得られた磁気テープおよびコンピュータ用テープについて、以下のような方法で特性を評価した。

## 【 0 0 6 6 】

## 《初期 S F D、S F D 上昇率、飽和磁化の劣化率》

コンピュータ用テープをカートリッジ状のまま温度 6 0 ℃、湿度 9 0 % R H の環境下で 9 0 日間保存し、保管前後の磁気特性を、試料振動型磁束計で、最高磁場 1.2 8 M A / m ( 1 6 k O e ) の条件下で測定した。その際、ヒステリシスループを書かせ、得られたヒステリシスループ（メインループ）から S F D を求めた。保存前の S F D 値を初期 S F D 値とし、（保存後 S F D 値 / 初期 S F D 値）× 1 0 0 ( % ) の値を S F D 上昇率とした。また、磁性粉の飽和磁化の劣化率も同様にして磁気測定により決定した。磁性粉を専用容器に入れた状態で 6 0 ℃ - 9 0 % R H の環境下で 9 0 日間保存し、保存前後の磁気特性を振動型磁束計で測定した。このとき最高磁場 1.2 8 M A / m での磁化量を、測定した磁性粉の質量で割った値を  $\sigma_s$  として、（| 保存前  $\sigma_s$  - 保存後  $\sigma_s$  | / 保存前  $\sigma_s$  ）× 1 0 0 ( % ) の値を飽和磁化の劣化率  $\Delta \sigma_s$  とした。 $\Delta \sigma_s$  が小さければ耐食性に優れていることを意味する。

## 【 0 0 6 7 】

## 《電磁変換特性》

各テープの電磁変換特性を調べるために、P W 5 0 の値と、出力 C およびノイズ N の値とを、下記のようにして測定した。この電磁変換特性測定を行うに当たっては、ドラムテスターを用いた。ドラムテスターには電磁誘導型ヘッド（トラック幅 2 5  $\mu$  m、ギャップ 0.2 ミクロン）と M R ヘッド（トラック幅 8  $\mu$  m）を装着し、誘導型ヘッドで記録、M R ヘッドで再生を行った。両ヘッドは回転ドラムに対して異なる場所に設置されており、両ヘッドを上下方向に操作することで、トラッキングを合わせることができる。磁気テープはカートリッジに巻き込んだ状態から適切な量を引き出して廃棄し、更に 6 0 c m を切り出し、更に 4 m m 幅に加工して回転ドラムの外周に巻き付けた。

## 【0068】

PW50を求めるために、ファンクションジェネレータにより波長 $10\mu\text{m}$ の矩形波を書き込み、MRヘッドの出力をデジタルオシロスコープに読み込んだ。この出力される孤立波の半値幅を長さに換算した値をPW50とした。

## 【0069】

出力及びノイズを求めるために、ファンクションジェネレータにより矩形波を電流発生器に入力し、波長 $0.2\mu\text{m}$ の信号を書き込み、MRヘッドの出力をプリアンプで増幅した後、スペクトラムアナライザーに読み込んだ。 $0.2\mu\text{m}$ のキャリア値を媒体出力Cとした。また $0.2\mu\text{m}$ の矩形波を書き込んだときに、記録波長 $0.2\mu\text{m}$ 以上に相当するスペクトルの成分から、出力及びシステムノイズを差し引いた値の積分値をノイズ値Nとして用いた。更に両者の比をとって $C/N$ とし、リファレンスとして用いているDDS4テープの値との相対値を求めた。

## 【0070】

さらに、各実施例および比較例で得られたコンピュータ用テープの保存安定性を調べるために、各テープをカートリッジ状のまま $60^{\circ}\text{C}$ 90%RHの環境下で90日間保存した。そののちカートリッジから磁気テープを適切な量引き出して廃棄し、更に60cmを切り出して、保存前と同様な電磁変換特性の評価を行った。その際、 $(| \text{保存後PW50値} - \text{保存前PW50値} | / \text{保存前PW50値}) \times 100(\%)$ の値を「PW50上昇率」とした。「PW50上昇率」が小さければいいほど保存安定性が良い、すなわち耐食性に優れていることを示す。

## 【0071】

以上の結果を表1に示す。

## 【0072】

【表 1】

	実施例						比較例				
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5
$\Delta \sigma s$	10%	10%	10%	4%	10%	10%	10%	4%	10%	10%	10%
磁性層厚み(nm)	100	100	100	100	150	100	100	100	100	100	100
磁性粉長軸長(nm)	60	60	60	60	60	75	60	60	100	100	60
初期SFD	0.50	0.50	0.50	0.42	0.50	0.42	0.50	0.42	0.50	0.50	0.60
SFD上昇率	10%	12%	14%	12%	10%	13%	28%	30%	10%	12%	11%
初期PW50(nm)	350	350	350	320	420	350	350	320	350	350	500
PW50上昇率	3%	3%	3%	3%	2%	3%	6%	7%	3%	3%	3%
C/N(dB)	8.0	8.0	8.0	8.0	7.5	3.5	8.0	8.0	0.0	0.0	6.3

【0073】

実施例の磁気テープ（本発明品）は、比較例の磁気テープに比して媒体ノイズ

が低く、PW50が低くかつ保存後のPW50の変化が小さく、高い耐食性を示していることが分かる。

【0074】

【発明の効果】

以上のように、本発明の請求項1に係る磁気記録媒体によれば、高容量化に対応した高記録密度特性を有しながら耐食性に優れた磁気記録媒体を得ることができる。また、請求項2に係る磁気記録媒体によればさらに記録密度特性が向上する。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 優れた耐食性（保存安定性）と良好な高記録密度特性（電磁変換特性）とを併せ持った磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 上層磁性層の S F D 値が 0.5 以下であり、上層磁性層に用いる強磁性粉末の平均長軸長が 8 0 n m 以下であり、温度 6 0 ° C で湿度 9 0 % R H の環境下で 9 0 日間保存した後の上層磁性層の S F D 値が、初期の S F D 値の 1.2 倍以下である構成とする。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 4 2 6 4 1	
受付番号	5 0 2 0 1 2 4 6 3 9 9	
書類名	特許願	
担当官	第八担当上席	0 0 9 7
作成日	平成 1 4 年 9 月 1 0 日	

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年 8月22日
-------	-------------



出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 8 1 0 ]

1. 変更年月日	2 0 0 2 年 6 月 1 0 日
[ 変更理由 ]	住所変更
住 所	大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 8 8 号
氏 名	日立マクセル株式会社